SNI 06-0707-1989

Standar Nasional Indonesia

Cara uji bilangan brom hidrokarbon aromatik dan olefin dengan cara titrasi potensiometri

ICS 71.080.15

Badan Standardisasi Nasional

DAFTAR ISI

Halaman

CARA UJI
BILANG BROM DALAM HIDROKARBON AROMATIK DAN OLEFIN DENGAN CARA TITRASI POTENSIOMETER

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi definisi dan cara uji bilangan brom dalam hidrokarbon aromatik dan olefin dengan cara titrasi potensiometer.

2. DEFINISI

Bilangan brom adalah angka yang menyatakan banyaknya brom dalam gram yang dapat bereaksi dengan 100 g contoh uji pada kondisi uji.

3. CARA UJI

3.1 Peralatan

- Alat titrasi potensiometri (lihat gambar 1)
- Labu titrasi yaitu sebuah labu yang mempunyai jaket, suhu dipertahankan pada 0 – 5°C.
- Pengaduk yang terbuat dari bahan gelas atau bahan lain sepanjang tidak bereaksi dengan zat yang tidak dipakai dengan garis tengah 6 mm dan panjang ± 150 mm dengan tiga buah bentuk kayuh terletak di bawah, dengan jarak 30 mm dan 50 mm dari bawah. Pengaduk diletakkan kira-kira 5 mm dari dasar labu titrasi dan digerakkan dengan listrik atau dengan tangan.
- Sepasang elektroda kawat platina dengan masing-masing elektroda panjangnya ± 12 mm dan garis tengahnya 1 mm.
- Buret 10 mm dengan pembagian skala 0,05 ml atau lebih kecil. Guna mencegah goncangan, letakkan buret terpisah dari pengaduk.

3.2 Pereaksi

- Bahan kimia yang dipergunakan dalam pengujian harus mempunyai derajat kemurnian pereaksi (reagent grade).
- Jika tidak ditentukan lain dipakai air suling sebagai bahan pembanding.
- 0,500 N larutan baku bromida – bromat
  Larutkan 50,0 g kalium bromida (K Br) dan 13,92 g kalium bromat ($KBrO_3$) yang telah dikeringkan pada suhu 105°C, selama 30 menit, ke dalam air dan encerkan sampai 1 liter.
- 1,1,1 – Trikloroetana
- Larutkan kalium yodida
  Larutkan 105 g kalium yodida di dalam air dan encerkan sampai 1 liter.
- 0,1 N larutan baku natrium tiosulfat
  Larutkan 25 g natrium thiosulfat ($Na_2S_2O_3.5H_2O$) ke dalam air dan tambahkan 0,01 g natrium karbonat (Na_2CO_3) untuk menstabilkan larutan. Encerkan sampai 1 liter lalu kocok.

— Larutan kanji

5 g kanji dan 5 sampai 10 g merkuri yodida ($Hg\text{-}J_2$) memakai 3 sampai 5 ml air.

Tambahkan suspensi ini ke dalam 2 liter air mendidih kemudian didihkan selama 5 sampai 10 menit. Dinginkan kemudian tuangkan bagian carian yang jernih ke dalam botol yang tertutup terbuat dari gelas.

— Asam sulfat (1 : 5)

Campurkan dengan hati-hati 1 bagian volume asam sulfat pekat (B.D. 1,84) dengan 5 bagian volume air.

— Pelarut titrasi

Buatlah 1 liter pelarut titrasi dengan mencampurkan 714 ml asam asetat glasial, 134 mm 1,1,1-trikloroetana, 134 ml etanol dan 18 asam sulfat (1 : 5).

— Isobutana

— Isoheksana

— Lakukan uji banding terhadap pereaksi dengan cara pengetrapan cara uji pada sikloheksana yang dimurnikan atau diisobutena lihat tabel I. Pergunakan contoh uji 0,6 sampai 1 g sikloheksana yang dimurnikan atau diisobutena atau 6 sampai 10 g dari larutan 10% berat bahan-bahan kimia tersebut, di dalam 1,1,1-trikloroetana. Jika pereaksi dan cara kerja teknik betul harus didapat hasil sebagai berikut :

Standar	Bilangan
Sikloheksana, dimurnikan	187 — 199
Sikloheksana, larutan 10 %	18 — 20
atau di isobutena, dimurnikan	136 — 144
Diisebutena, larutan 10 %	13 — 15

3.3 Prosedur

3.3.1 Masukkan 10 ml 1,1,1-trikloroetana ke dalam labu ukur 50 ml. Dengan memakai pipet tambahkan sejumlah contoh uji seperti tertera di dalam tabel II. Hitung berat contoh uji dari selisih angka berat labu setelah dan sebelum ditambah contoh uji. Encerkan sampai mencapai tanda pada labu. Dinginkan labu titrasi pada suhu 0–5°C dan pertahankan lainnya pada suhu ini.

Nyalakan titrameter dan biarkan sebentar sampai aliran listriknya stabil. Masukkan 110 ml pelarut titrasi ke dalam labu titrasi kemudian dengan memakai pipet tambahkan 5 ml larutan contoh uji yang diambil dari dalam labu volumetrik 50 ml. Jalankan pengaduk dan atur sampai cepat tetapi dijaga jangan sampai terjadi gejala gelembung udara masuk ke dalam larutan.

a) Jika memakai alat titrasi potensiometer "dead stop", atur potensiometer sampai lampu mata kucing terbuka setengah.

b) Jika lampu mata kucing bergetar nyalanya pada posisi ini, atur sampai lebih menutup.

c) Tambahkan larutan bromida-bromat sedikit hingga mata kuncing mulai terbuka.

d) Lanjutkan penambahan pereaksi, setiap kali 2 tetes sampai mata kucing tetap terbuka lebar untuk jangka waktu tidak kurang dari 40 detik. Ini adalah titik terakhir titrasi.

Catatan :

1) Beberapa lampu mata kucing tidak membuka penuh tetapi masih jelas terlihat untuk menentukan titik akhir.

2) Pada beberapa titrameter perubahan tegangan listrik yang mendadak ditunjukkan oleh jarum penunjuk meteran pada alatnya pada waktu mendekati titik akhir. Jika perubahan ini bisa bertahan selama 30 detik maka ini menandakan titik akhir titrasi telah tercapai.

3.3.2 Laksanakan titrasi blangko dua kali untuk setiap pelarut titrasi dan pereaksi yang baru dibuat dengan mengulangi cara kerja dengan memakai 5 ml 1,1,1-trikloroetana sebagai gantinya contoh uji. Larutan bromida-bromat yang dipakai haruslah lebih kecil dari 0,1 ml.

3.4 Perhitungan

Hitunglah bilangan brom dengan memakai rumus sebagai berikut :

Bilangan brom =

$$\text{Bilangan brom} = \frac{(V_1 - V_2)}{W} N \times 7{,}99$$

di mana :

V_1 = larutan bromida yang dibutuhkan untuk mentitrasi satu posisi contoh uji

V_2 = larutan bromida-bromat yang dibutuhkan untuk mentitrasi blangko

N = normalitas larutan bromida-bromat

W = berat dalam gram dari contoh uji di dalam satu porsi.

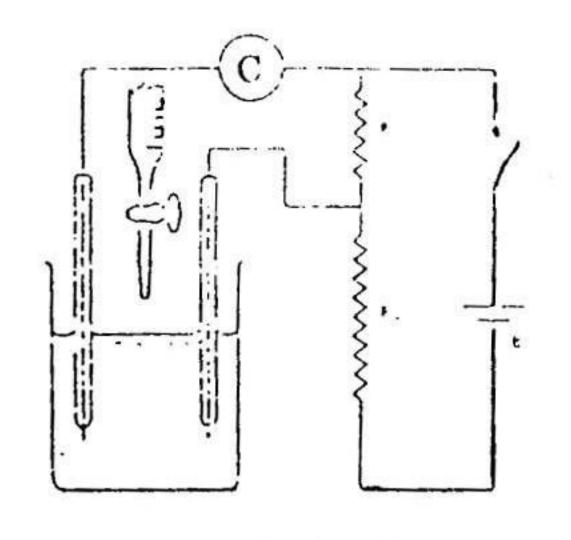
3.5 Ketelitian

Kriteria berikut ini harus dipergunakan untuk menentukan diterimanya hasil uji (95% kepercayaan statistik).

3.5.1 Hasil penelitian oleh penguji yang sama dianggap meragukan kalau perbedaannya sebagai berikut :

Titik didih awal contoh uji	"Repeatabilitas"
di bawah 205°C	pakailah grafik 1
205 – 327°C	pakailah grafik 2
Olefin komersial	3

3.5.2 Hasil yang diberikan oleh dua laboratorium yang berbeda dianggap meragukan kalau perbedaannya dari tiap hasil sebagai berikut :

Titik didih awal contoh uji	"Reprodusabilitas"
Di bawah 205°C	pakailah grafik 1
205 – 327°C	pakailah grafik 2
Olefin komersial	12

Gambar 1
Bagan alat titrasi Potensiometer

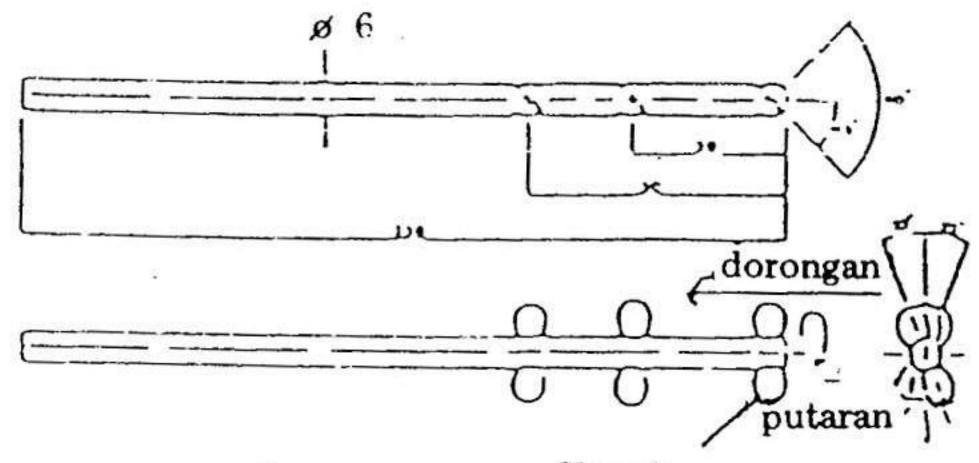
Volume ml.

Grafik Titrasi Potensiometer

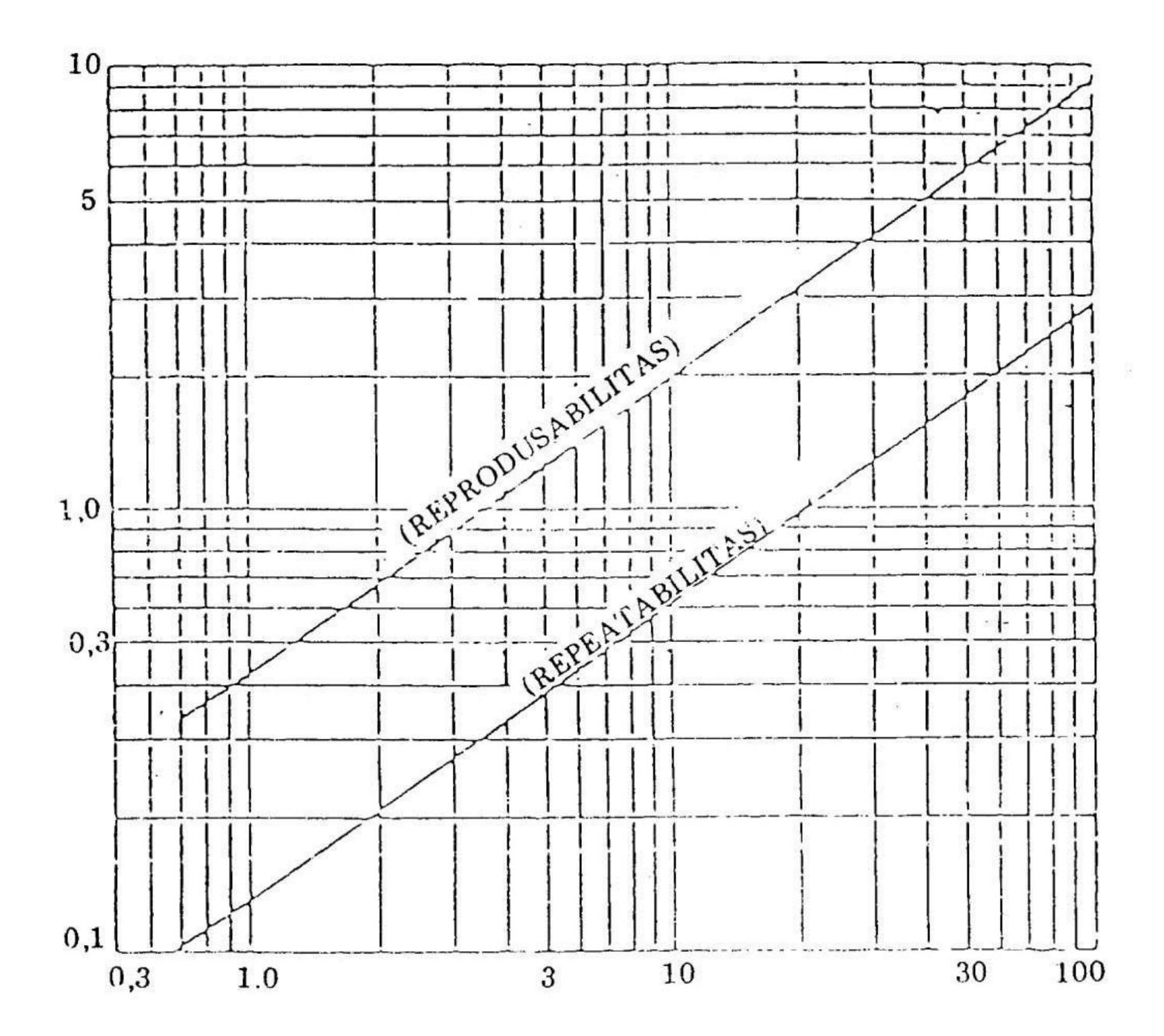
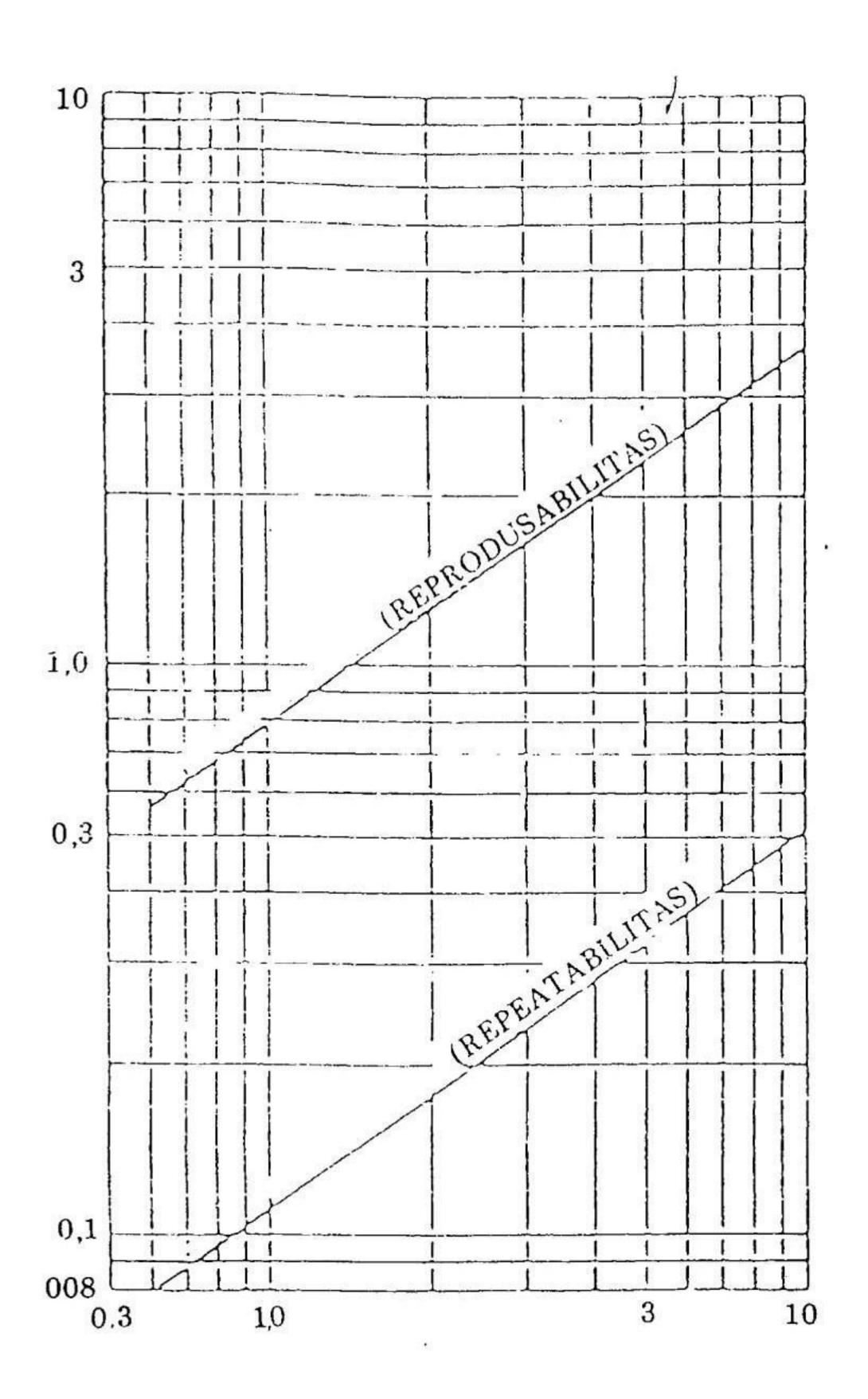
Tabel I
Sifat Fisika Olefin yang Diuraikan

	Titik Didih °C	Bobot Jenis g/ml 20°C	Indek Refraksi Spektrum D 20 °C
Sikloheksana	82,5 — 83,5	0,8100	1,4465
Diisobutena	101 — 102,5	0,7175 ± 0,0075	1,4112

Tabel II
Ukuran Contoh Uji

Bilangan Brom	Ukuran Contoh Uji
> 0 s/d 10	16 s/d 20
> 10 s/d 20	8 s/d 10
> 20 s/d 50	4 s/d 5
> 50 s/d 100	1,5 s/d 2
> 100 s/d 150	0,8 s/d 1
> 150 s/d 200	0,6 — 0,8

Gambar 2
Pengaduk Gelas
Semua dimensi dalam mm

Kayuh
o 7, tebal 1,5

KEMAMPUAN ULANG DAN KEMAMPUAN REPRODUKSI

Grafik 1
Bilangan Brom
Distilat dengan titik didih penyulingan
90% di bawah 205°C

Grafik 2
Bilangan Brom
Destilat dengan titik didih penyulingan
90%, 205 – 327°C